

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**

## ⑫ 公開特許公報(A)

昭60-86043

⑪ Int.Cl.<sup>4</sup>

識別記号

庁内整理番号

⑬ 公開 昭和60年(1985)5月15日

C 03 B 37/018  
G 02 B 6/006602-4G  
7370-2H

審査請求 未請求 発明の数 1 (全4頁)

⑭ 発明の名称 光ファイバ用母材の製造方法

⑯ 特 願 昭58-192175

⑰ 出 願 昭58(1983)10月14日

⑱ 発 明 者 塙 文 明 茨城県那珂郡東海村大字白方字白根162番地 日本電信電話公社茨城電気通信研究所内

⑲ 発 明 者 中 原 基 博 茨城県那珂郡東海村大字白方字白根162番地 日本電信電話公社茨城電気通信研究所内

⑲ 発 明 者 大 森 保 治 茨城県那珂郡東海村大字白方字白根162番地 日本電信電話公社茨城電気通信研究所内

⑳ 出 願 人 日本電信電話公社

㉑ 代 理 人 弁理士 志賀 正武

## 明 細 書

## 1. 発明の名称

光ファイバ用母材の製造方法

## 2. 特許請求の範囲

回転する石英管の中に気相状ガラス原料を導入し、これを酸水素炎やプラズマ炎等の高温熱源で加熱して石英管の内壁にガラスの薄膜を形成した後、中実化する光ファイバ用母材の製造方法において、前記気相状ガラス原料とともにD<sub>2</sub>Oの蒸気を前記石英管の中に導入することを特徴とする光ファイバ用母材の製造方法。

## 3. 発明の詳細な説明

本発明は、SiO<sub>2</sub>ガラスに存在するOH基がOD基に置換された(以下、「OD置換された」と称する。)光ファイバ用母材の製造方法に関するものである。

光ファイバ中に含有されるOH基をOD基に置換することにより、OH結合振動の高周波による光吸収位置が長波長側に移動することが明らかにされてい

る。したがって、光通信波長域である0.8〜1.6μm帯において、OD基で置換した光ファイバは、OH基を含有するファイバに比べて、光損失の低減化を図ることができる。

ところで、光ファイバ中に含有されるOH基をOD基に置換する方法として、従来は裸ファイバ(通常のファイバはファイバ表面を保護する目的でシリコン樹脂などで被覆されているが何も被覆されていないファイバを裸ファイバと称している。)をD<sub>2</sub>ガス雰囲気中で熱処理する方法や、光ファイバ用母材をD<sub>2</sub>雰囲気中で熱処理する方法により行なわれている。

しかしながら、前者の方法は、裸ファイバを熱処理するため、ファイバ内部まで充分に置換が行われず、この方法で置換された光ファイバは実用化が難しい。また、熱処理炉の構造によつて異なるが、せいぜい数10mの光ファイバしか適用できない。さらに、アイソトープ置換に要する時間が長いなどの欠点がある。また、後者の方法では、OD置換された母材をファイバ化するので、

ファイバ表面にシリコンを被覆でき、また長尺ファイバが製造可能であるが、OD置換に要する時間が著しく長い欠点がある。例えば外径10mmの母材を中心部まで置換する場合、40〜50時間を要する。

また、従来この種の置換にはD<sub>2</sub>ガスが用いられているが、D<sub>2</sub>ガスの価格は非常に高価であり、従つてD<sub>2</sub>ガスを置換に用いる上記方法では製造される光ファイバの低価格化が期待できない欠点があつた。

本発明は上記事情に鑑みてなされたもので、簡単に効率よく、かつ安価にOD置換された光ファイバ用母材が得られ、低伝送損失の光ファイバを得ることのできる光ファイバ用母材の製造方法を提供することを目的とし、石英管の内面にガラス薄膜を形成した後、これを中心化する母材の製造方法において、ガラス薄膜形成工程および中実化工程の間、石英ガラス管内にD<sub>2</sub>Oの蒸気を流すことを特徴とするものである。

以下、図面を参照して本発明を詳細に説明する。

石英管1の一部が酸水素炎4で加熱されているところにSiCl<sub>4</sub>、GeCl<sub>4</sub>の気相状原料、O<sub>2</sub>ガスおよびD<sub>2</sub>Oの蒸気が供給されると、高温域によりSiCl<sub>4</sub>、GeCl<sub>4</sub>は酸化反応を生じガラス微粒子21が生成される。生成されたガラス微粒子21は石英管1の内面に付着するが、その多くは酸水素炎4で加熱されている高温域を中心にしてガラス原料が供給される反対側の低温域部、すなわち、第2図では酸水素バーナ3が移動する方向にガラス微粒子21が付着する。このようにして付着、堆積したガラス微粒子22は、一定速度で移動する酸水素炎4により焼結され透明なガラス薄膜23が形成される。通常、この方法で形成されるガラス薄膜23の厚さは約5〜10μmであり、ガラス薄膜23を約80〜100層形成した後中実化して母材とする。

そして、前記工程中においてD<sub>2</sub>Oの蒸気を供給することによりOD置換が行なわれる。すなわち、第2図において、生成されたガラス微粒子21および付着、堆積されたガラス微粒子22は当初

第1図は、本発明の光ファイバ用母材の製造方法に用いられる装置の一例を示すもので、図中符号1は石英管、2は回転チャック、3は酸水素バーナ、4は酸水素炎、5は容器、6はD<sub>2</sub>O、7は温度制御器、8、9は管路である。

この装置によつて、OD置換された光ファイバ用母材を製造するには、回転チャック2に回転自在に保持された石英管1の外面を酸水素バーナ3の酸水素炎4で加熱しながら、酸水素バーナ3を石英管1に沿つて左右に移動させる。この状態で石英管1に接続された管路9より所望の量に制御されたSiCl<sub>4</sub>、GeCl<sub>4</sub>の気相状原料をキャリアーO<sub>2</sub>ガスと共に石英管1の内側に送り込むとともに管路8より所望の量に制御されたD<sub>2</sub>Oの蒸気をキャリアーO<sub>2</sub>ガスと共に送り込む。D<sub>2</sub>Oの供給量は温度制御器7およびキャリアーO<sub>2</sub>ガスの量により制御される。

第2図は石英管1の拡大断面図であり、石英管1の内面にガラス薄膜が形成される様子を模式的に示したものである。第2図において回転する石

わずかなOH基を含んでいるが、D<sub>2</sub>Oの雰囲気中においてOH基はOD基に置換される。この置換反応は系が開放状態、すなわち石英管1内の圧力が1気圧（絶対圧力）の時に簡単に生じる。従つて、D<sub>2</sub>OによりOD置換を行なうには、第2図においてSiCl<sub>4</sub>、GeCl<sub>4</sub>、O<sub>2</sub>およびD<sub>2</sub>Oを供給する反対側の排気系を完全な開放系にすることが重要である。第2図の方法で生成されるガラス微粒子21の粒径は100〜200Åと非常に小さいため、本発明によるOD置換は、それに要する時間は短くてよくまたガラス微粒子21の状態および付着堆積されたガラス微粒子22の状態さらにそれらが焼結して形成されたガラス薄膜23の状態において、それぞれ置換反応が進行するので完全なOD置換が可能である。

以上はガラス微粒子21に含まれるOH基がOD基に置換される場合であるが、この他に石英管1に含まれているOH基が、形成されたガラス薄膜23内に拡散することがある。これを防ぐには光ファイバのコア部となるガラス薄膜、すなわち

SiCl<sub>4</sub>およびGeCl<sub>4</sub>からなるガラス薄膜23を形成する以前に、SiCl<sub>4</sub>のみから成るガラス薄膜をD<sub>2</sub>O雰囲気中で形成し、この厚さを石英管1から拡散するOH基がコア部まで拡散するのを防ぐのに充分な厚さにすればよい。

本発明は上記のように石英管の内側にガラス薄膜を形成した後、これを中実化して母材を製造する方法において、ガラス薄膜形成時にD<sub>2</sub>Oを供給するだけであり、特別な処理工程を何ら必要としないので簡単にOD置換された光ファイバ用母材が製造できる。

つぎに、本発明の具体例を説明する。

第1図において石英管1に外径20mmφ、内径17mmφのものを使用し、回転チャック2により30rpmで回転させる一方、40ℓ/分のH<sub>2</sub>ガスと20ℓ/分のO<sub>2</sub>ガスを酸水素バーナ3に供給して酸水素バーナ3を左方向に150mm/分の速度で右方向に2000mm/分の速度で移動させた。つぎに、第1表に示した条件でSiCl<sub>4</sub>、O<sub>2</sub>ガス、D<sub>2</sub>Oを石英管1内に供給した。温度

は、各原料の容器の保持温度を示す。

第1表

	温度 (℃)	キャリアーO <sub>2</sub> 流量 (cc/分)
SiCl <sub>4</sub>	20	400
POCl <sub>3</sub>	10	96
D <sub>2</sub> O	50	400
O <sub>2</sub> ガス		500

第1表の条件でガラス中のOH基のHがDに置換されたSiO<sub>2</sub>ガラス薄膜を30層形成した後、第2表の条件でコアガラス薄膜を形成した。この際GeCl<sub>4</sub>の供給量はガラス薄膜を1層形成すると共に(酸水素バーナ3の1往復ごとに)キャリアーO<sub>2</sub>ガスを3cc/分ずつ増やしコアガラス薄膜を100層形成した。

第2表

	温度 (℃)	キャリアーO <sub>2</sub> 流量 (cc/分)
SiCl <sub>4</sub>	20	133
GeCl <sub>4</sub>	4	0~300
POCl <sub>3</sub>	10	32
D <sub>2</sub> O	50	500
O <sub>2</sub> ガス		500

このようにして作製した光ファイバ用母材を繰引きして、外径125μmφ、コア径50μmφ、長さ2kmの光ファイバを得た。この光ファイバの損失を測定してOH基とOD基の吸収を調べた。この結果、波長139μmのOH基による吸収はほとんどなく、波長187μm(OD基による吸収がこの波長に現われる。)のOD基による吸収損失が3dB/km(約50ppb at 65dB/km/100換算)であつた。この結果は、D<sub>2</sub>OによつてH→Dの置換が十分に進行したことを意味するものである。

以上説明したように、本発明の光ファイバ用母

材の製造方法は、回転する石英管の中に気相状ガラス原料を導入し、これを高温熱源で加熱して石英管の内壁にガラスの薄膜を形成した後、中実化する光ファイバ用母材の製造方法において、前記気相状ガラス原料とともにD<sub>2</sub>Oの蒸気を前記石英管の中に導入するものである。よつて、本方法によれば従来のOD置換された光ファイバを得る方法に比べて、極めて簡単にかつ効率よくOD置換された母材を得ることができる。また、特別の装置、工程を必要とすることもなく、原料に比較的安価なD<sub>2</sub>Oを用いているので低コストでOD置換された母材を得ることができる。さらに、母材の状態でOD置換するようにしたので、長尺のOD置換された光ファイバが製造できる。

#### 4. 図面の簡単な説明

第1図は本発明の製造方法に用いられる製造装置の一例を示す概略構成図、第2図は第1図の要部拡大図である。

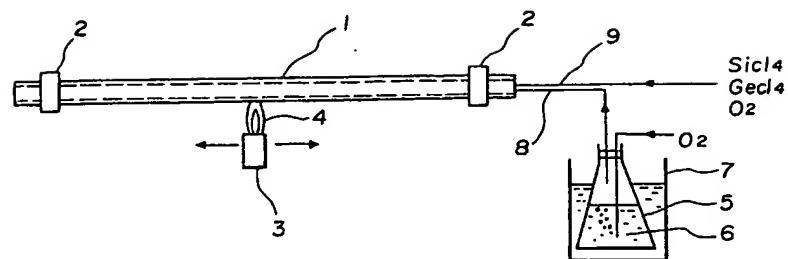
1……石英管、3……酸水素バーナ、6……D<sub>2</sub>O、8、9……管路、21……ガラス微粒子、22……

…堆積したガラス微粒子、2 3 …… ガラス薄膜。

出願人 日本電信電話公社

代理人 弁理士 志賀正武

第 1 図



第 2 図

